## DEUTSCHES REICH



AUSGEGEBEN AM 6. JULI 1936

# REICHSPATENTAMT PATENTSCHRIFT

**№** 632332

### KLASSE 21f GRUPPE 34

E 43689 VIII c/21f

Tag der Bekanntmachung über die Erteilung des Patents: 18. Juni 1936

#### Bernhard Erber in Wien

Elektrische Glühlampe, deren Leuchtkörper an seiner Oberfläche aus dem Carbid des Tantals oder eines Metalls der Tantalgruppe besteht, und Verfahren zu ihrer Herstellung

Patentiert im Deutschen Reiche vom 18. Dezember 1932 ab

Die Priorität der Anmeldung in Österreich vom 7. Mai 1932 ist in Anspruch genommen.

Es wurde schon vielfach versucht, Glühlampen mit einem Leuchtkörper aus Tantalcarbid zu schaffen, da Tantalcarbid einen außerordentlich hohen Schmelzpunkt besitzt und daher auf eine eine sehr gute Lichtausbeute ergebende hohe Temperatur erhitzt werden könnte. Die bisherigen Vorschläge, welche in der Hauptsache in zwei Richtungen gingen, haben jedoch nicht zu praktisch 10 brauchbaren Ergebnissen geführt. Man hat einerseits versucht, Leuchtkörper zu verwenden, die durchweg aus Tantalcarbid bestanden. Da es jedoch auf diesem Wege bisher nur gelungen ist, mechanisch wenig feste Tantalcarbidkörper herzustellen, welche stark kristallinisches Gefüge aufweisen, vor allem aber starr und leicht brüchig sind, konnten Lampen mit solchen Leuchtkörpern den an eine Glühlampe zu stellenden Anforderungen 20 nicht genügen. Der zweite Vorschlag, der im Wesen dahin ging, den Leuchtkörper nicht durchgehend aus Tantalcarbid herzustellen, sondern auf einem Kern aus Metall, und zwar aus Wolfram, Tantal oder Rhenium, einen 25 Überzug aus Tantalcarbid zu verwenden, ist gleichfalls nicht geeignet, die günstigen Eigenschaften des Tantalcarbides als Leuchtkörper

einer Glühlampe voll auszunutzen, da sowohl

Wolfram als auch Tantal und Rhenium Schmelzpunkte aufweisen, welche beträchtlich 30 unter dem Schmelzpunkt des Tantalcarbides liegen, so daß es bei Anwendung dieser Metalle als Kerndraht von vornherein nicht möglich ist, den Hauptvorteil des Tantalcarbides, das ist seine hohe Erhitzungs- 35 möglichkeit, auszunützen. Daneben ergibt sich bei der Verwendung von Wolfram der Nachteil, daß das Wolfram mit dem Tantalcarbid die Verbindung zu Wolframcarbid eingeht und dabei metallisches Tantal frei 40 macht, welches schon bei verhältnismäßig sehr niedriger Temperatur verdampft, so daß der Leuchtkörper schon nach kurzer Zeit unbrauchbar wird. Rhenium und Tantal setzen sich zwar mit dem Tantalcarbid nicht zu Ver- 45 bindungen um, welche die Lampe betriebsunfähig machen würden, doch liegen ihre Schmelzpunkte noch tiefer als jener des Wolframs, so daß in diesen Fällen nur ein sehr unökonomischer Betrieb der Lampe mög- 50 lich wäre bzw. nur sehr niedrige Leuchtdichten erhalten werden können.

Durch die Erfindung gelingt es nun, einen Leuchtkörper für Glühlampen zu schaffen, welcher die volle Ausnutzung der wertvollen 55 Eigenschaften des Tantalcarbides bzw. des

Carbides eines der Metalle der Tantalgruppe gestattet, ohne daß dabei die Nachteile der früheren Vorschläge in Kauf genommen werden müßten. Gemäß der Erfindung wird dabei wieder das Tantalcarbid von einer Seele." getragen, doch besteht diese Seele nicht aus Metall, sondern aus einem Material, welches gleichzeitig den beiden im folgenden angeführten Erfordernissen entspricht: Es muß 10 eine Schmelztemperatur aufweisen, welche nicht wesentlich unter, vorteilhaft aber noch über jener des Tantalcarbides liegt, und es darf ferner nicht durch eigene Carbunierung eine schädliche Veränderung des Tantalcarbidüberzuges bewirken. Ein Material, das diesen Anforderungen gleichzeitig genügt und darüber hinaus auch noch einen weiteren Vorteil besitzt, nämlich den, sich etwa im Betrieb bildendes Tantalmetall wieder zu Tantalcarbid zu regenerieren, ist Kohlenstoff in fester Form, welcher daher im Sinne der Erfindung als Träger für den Tantalcarbidüberzug verwendet wird. Der Kohlenfaden setzt sich mit Tantalcarbid nicht um und mit metallischem Tantal nur in höchst wünschenswerter Weise zu Tantalcarbid. Es kann daher weder eine Zerstörung des Tantalcarbidüberzuges noch der Kohlenseele zufolge chemischer Umsetzungen auftreten, im Gegenteil, 30 es wird bei einer etwa auftretenden stellenweisen Bildung von metallischem Tantal aus dem Tantalcarbid dieses Metall durch den Kohlenstoffgehalt der Seele sogleich wieder zum Carbid regeneriert. Kohle hat einen beträchtlich über der Schmelztemperatur des Tantalcarbides liegenden Schmelzpunkt, so daß die Erhitzung ganz ohne Rücksicht auf die Kohlenseele so weit getrieben werden kann, als dies wegen des Tantalcarbides zu-40 lässig bzw. zweckmäßig erscheint.

In diesem Zusammenhang sei bemerkt, daß vorgeschlagen wurde, Kohlenfäden mit einem Carbidüberzug zu dem Zweck zu versehen, um die Zerstäubung des Kohlenfadens zurücktszudrängen. Diese Vorschläge bezogen sich jedoch nur auf Carbide mit niedrigem Schmelzpunkt (niedriger als jener von Wolfram), so daß derart überzogene Kohlenfäden kaum für jene Betriebstemperatur geeignet erscheinen, die bei gewöhnlichen Wolframfäden Anwendung findet. Irgendein Fortschritt hinsichtlich der Höhe der Betriebstemperatur des Fadens konnte daher auf diese Weise nicht erzielt werden.

Die nach der Erfindung ausgebildeten Tantalcarbidleuchtkörper können mit außerordentlich gleichmäßiger Oberflächenschicht hergestellt werden, welche noch die mechanischen Eigenschaften der verwendeten Kohlenseele beizubehalten gestattet. Sorgt man dafür, daß der Tantalcarbidüberzug die Koh-

lenseele an allen Stellen, also in durchweg zusammenhängender Schicht, umschließt, so ist ein Zerstäuben des Kohlenfadens mit Sicherheit verhindert, auch wenn die ange- 65 wendete Temperatur noch so hoch über jener liegt, bei welcher dieser Kohlenfaden zerstäuben würde, wenn er beispielsweise freiliegend im Vakuum untergebracht wäre. Insoweit eine Aufzehrung der Kohlenstoffseele 70 für die Regenerierung der Tantalcarbidschicht während des Betriebes erfolgt, ist dies für die Betriebsfähigkeit des Leuchtkörpers ohne schädliche Wirkung. Selbst wenn die Kohlenseele nach langer Betriebsdauer zum größten 75 Teile oder sogar zur Gänze zur Bildung von Tantalcarbid verbraucht worden sein sollte, besitzt der dann resultierende reine Tantalcarbidfaden noch immer genügende Elastizität, um technisch verwertbar zu bleiben.

Zur Erhöhung der Wärmeintensität kann der als Träger für den Metallcarbidüberzug verwendete Kohlenfaden während seiner Herstellung spiralisiert oder derart in enge Schlingen gelegt sein, daß bei dem fertigen 85 Leuchtkörper eine Aufspeicherung der Wärme bzw. eine gegenseitige Aufheizung der einzelnen Windungen erfolgt. Diese Ausbildung bzw. Anordnung des Glühfadens erweist sich insbesondere dann als vorteilhaft, wenn eine 90 Gasfüllung, die in diesem Falle vorzugsweise eine Edelgasfüllung sein wird, in der Lampe vorgesehen ist. Im allgemeinen wird eine solche Gasfüllung, insbesondere eine Edelgasfüllung, stets empfehlenswert sein, weil sie 95 die Möglichkeit der Bildung von metallischem Tantal durch Dissoziation an der Oberfläche aus dem Tantalcarbid, die zwar an und für sich im vorliegenden Fall sehr gering ist, noch weiter herabsetzt.

Die Herstellung eines Tantalcarbidleuchtkörpers nach der vorliegenden Erfindung erfolgt vorzugsweise derart, daß auf einen Kohlenfaden als Seele zunächst Tantal in metallischer Form als durchgehend zusam- 105 menhängender, festhaftender Überzug niedergeschlagen und hierauf in einem weiteren Verfahrensschritt dieses metallische Tantal in das Tantalcarbid übergeführt wird. Um vorerst das metallische Tantal auf den Kohlen- 110 faden niederzuschlagen, wird dieser Kohlenfaden in einer z.B. tantalhalogenhaltigen Atmosphäre erhitzt, wobei in an sich bekannter Weise das Metall aus der Gasphase auf den glühenden Kohlenfaden niedergeschlagen 115 wird. Es ist dabei vorteilhaft, in diesem Stadium des Verfahrens den Kohlenfaden nicht zu hoch zu erhitzen, damit nur ein gleichmäßig homogener festhaftender Überzug aus dem reinen Tantalmetall gebildet 120 wird, nicht aber schon Carbidbildung eintritt. Nachdem der Tantalmetallüberzug die er632 332

forderliche Dichte und Stärke erreicht hat, wird dieses Tantalmetall durch Kohlenstoffzufuhr in das Carbid verwandelt. Dabei kann diese Kohlenstoffzufuhr entweder ausschließ-5 lich von der Kohlenseele her erfolgen oder aber man kann den Kohlenstoff auch, zumindest zum größten Teile, von außen her zuführen. Im letzteren Falle wird der mit metallischem Tantal überzogene Kohlenfaden 10 einer eine oder mehrere Kohlenstoffverbindungen enthaltenden Atmosphäre unter Erhitzung ausgesetzt, während bei Entnahme des zur Carburierung erforderlichen Kohlenstoffes aus dem Kohlenfaden allein dieser mit 15 dem Tantalüberzug versehene Kohlenfaden in einer Edelgasatmosphäre oder im Vakuum erhitzt wird. Die zu erreichende Temperatur, bei welcher das Tantal mit der Kohle reagiert, beträgt etwa 1200 bis 1600°, und sie kann entweder durch Widerstandserhitzung oder durch Erhitzung in einem Ofen herbeigeführt werden. Die Erhitzung ist vorsichtig und langsam durchzuführen, damit das Tantalmetall nicht verdampft, bevor das Tantal-25 carbid gebildet wurde. Besondere Vorsicht ist dabei dann anzuwenden, wenn die Erhitzung im Vakuum erfolgt, während bei Erhitzung in einer Edelgasatmosphäre die Gefahr einer Verdampfung des Tantalmetalls 30 wesentlich geringer ist. Bei der Erhitzung des den Tantalüberzug tragenden Kohlenfadens in einer kohlenstoffhaltigen Atmosphäre kann man das Verfahren durch ent-sprechende Auswahl der zu zersetzenden 35 Kohlenstoffverbindungen (vorzugsweise Kohlenwasserstoffe) und durch die Art der Erhitzung entweder so leiten, daß sowohl die kohlenstoffhaltige Atmosphäre als auch die Kohlenfadenseele in beträchtlichem Maße zur 40 Kohlenstofflieferung herangezogen werden oder daß die Kohlenstoffaufnahme durch das Tantal ausschließlich oder zumindest zum allergrößten Teile nur aus der kohlenstoffhaltigen Atmosphäre erfolgt. Die Methoden 45 der Carburierung von außen her bzw. der Carburierung von innen und außen her gleichzeitig sind der Carburierung bloß von innen her deswegen vorzuziehen, weil dabei die Oberfläche der Kohlenfadenseele mehr ge-

Es ist selbstverständlich, daß der Kohlenfaden vor dem Überziehen mit Tantal auf das sorgfältigste entgast und gereinigt werden muß, damit keine Schädigung des Überzuges 55 durch aus dem Kohlenfaden bei Temperaturerhöhung austretende schädliche Verunreini-

gungen erfolge.

50 schont wird.

Es erweist sich als zweckmäßig, die Herstellung des den Tantalcarbidüberzug tragenden 60 Kohlenfadens außerhalb der Glühlampe vorzunehmen, wenngleich es natürlich auch möglich ist, den Herstellungsprozeß in der Glühlampe selbst durchzuführen. Die Herstellung außerhalb der Glühlampe ist deswegen vorzuziehen, weil es vorkommen kann, daß der 65 Faden nicht an allen seinen Teilen die gleiche Temperatur annimmt und daher der Überzug nicht an allen Stellen des Fadens gleichmäßig ist. Insbesondere ist in dem Falle von Widerstandserhitzung damit zu rechnen, daß an den 70 Stromzuführungsenden niedrigere Temperaturen vorhanden sind als an den übrigen Teilen des Fadens, so daß diese Enden Fehlerquellen bilden könnten. Erfolgt nun die Herstellung des Fadens außerhalb der Glühlampe, 75 so hat man es ohne weiteres in der Hand, derartige nicht ganz einwandfreie Teile des Glühfadens zu entfernen, wobei man nur den Faden ursprünglich etwas länger zu wählen hat, als er in der endgültigen Verwendung in der 80 Glühlampe benötigt wird. Der fertiggestellte Faden wird nun in bekannter Weise in ein Glühlampenfüßchen eingeführt, wobei es vorteilhaft sein kann, die Enden des Fadens und die Stromzuführungen noch besonders durch 85 Auftragen von Tantalcarbid zu schützen.

In analoger Weise, wie eben für das Tantalcarbid beschrieben wurde, können auch die Carbide der Homologen des Tantals, Niob und Vanadium, nutzbar gemacht werden. 90 Diese letzteren Materialien haben allerdings einen niedrigeren Schmelzpunkt als das Tantalcarbid, so daß die erzielbare Leuchtdichte unter der mit Tantalcarbid erreichbaren bleibt.

#### PATENTANSPRÜCHE:

1. Elektrische Glühlampe, deren Leuchtkörper aus einem auf einem Träger aufgebrachten Carbid des Tantals oder eines 100 Metalls der Tantalgruppe besteht, dadurch gekennzeichnet, daß als Träger für das Tantalcarbid ein aus Kohlenstoff bestehender fester Körper dient, der von dem Tantalcarbid vollkommen umschlossen ist.

95

2. Elektrische Glühlampe nach Anspruch I, dadurch gekennzeichnet, daß der aus einem Kohlenfaden und einem Tantalcarbidüberzug bestehende Glühfaden in Form einer Schraubenlinie oder in eng 110 aneinanderliegenden Schleifen angeordnet

3. Elektrische Glühlampe nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Lampe eine Edel- 115 gasfüllung besitzt.

4. Verfahren zur Herstellung von Glühlampen nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das auf die Kohlenseele niedergeschlagene 120 metallische Tantal dadurch in Tantalcarbid übergeführt wird, daß der Kohlenfaden

selbst erhitzt wird und so den für die Carbidbildung erforderlichen Kohlenstoff dem Tantal liefert. 5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß das auf den Kohlen-

5

faden niedergeschlagene metallische Tantal durch Entnahme von Kohlenstoff so-wohl aus einer kohlenstoffhaltigen Atmo-sphäre als auch aus der Kohlenseele in das Carbid verwandelt wird.